

**This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problems Mailbox.**

⑨日本国特許庁
公開特許公報⑩特許出願公開
昭53—45385⑪Int. Cl.²
B 29 J 1/00 //
B 29 D 7/00

識別記号

⑫日本分類
25(5) P 0
25(5) F 0庁内整理番号
7139—37
7005—37

⑬公開 昭和53年(1978)4月24日

発明の数 2
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑭微生物菌体よりなるフィルムの製造方法

⑮特 願 昭51—119854

⑯出 願 昭51(1976)10月7日

⑰発 明 者 村上信雄
千葉県君津郡袖ヶ浦町上泉1218
番地の2

⑱発 明 者 鈴木源士

千葉県君津郡袖ヶ浦町上泉1218
番地の2⑲出 願 人 出光興産株式会社
東京都千代田区丸の内3丁目1
番1号

⑳代 理 人 弁理士 久保田藤郎

明 細 書

1. 発明の名称

微生物菌体よりなるフィルムの製造方法

2. 特許請求の範囲

1) 微生物菌体を50～100℃の加熱下に0.8～1.0重量パーセントの水酸化ナトリウム水溶液もしくは1.15～1.4重量パーセントの水酸化カリウム水溶液でアルカリ処理し、該アルカリ処理により得られた懸濁液に酸を加えて等電点沈殿を行ない、次いで生成した沈殿物を分離し、さらに該沈殿物のpHを6.0～8.0に調節して得られるゲル形成性微生物菌体に可塑剤を配合してなる組成物を製膜することを特徴とする微生物菌体よりなるフィルムの製造方法。

2) 組成物が、ゲル形成性微生物菌体100重量部に対して可塑剤10～50重量部を配合したものである特許請求の範囲第1項記載の製造方法。

3) 可塑剤がグリセリン、エチレングリコール、プロピレングリコール、ソルビトール、フラクト

ース、リジン、グルタミンおよびアスパラギンよりなる群から選ばれた1種または2種以上の物質である特許請求の範囲第1項記載の製造方法。

4) 微生物菌体を50～100℃の加熱下に0.8～1.0重量パーセントの水酸化ナトリウム水溶液もしくは1.15～1.4重量パーセントの水酸化カリウム水溶液でアルカリ処理し、該アルカリ処理により得られた懸濁液に酸を加えて等電点沈殿を行ない、次いで生成した沈殿物を分離し、さらに該沈殿物のpHを6.0～8.0に調節して得られるゲル形成性微生物菌体に可塑剤およびアミロースを配合してなる組成物を製膜することを特徴とする微生物菌体よりなるフィルムの製造方法。

5) 組成物が、ゲル形成性微生物菌体100重量部に対して可塑剤10～50重量部およびアミロース1～100重量部を配合したものである特許請求の範囲第4項記載の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は微生物菌体よりなるフィルムの製造方法に関し、詳しくは特定のゲル形成性微生物菌体

に可塑剤、さらに必要に応じてアミロースを添加した組成物を製膜することによつてフィルムを製造する方法に関する。

従来、微生物菌体をプラスチック代替材料として例えばシート、フィルム等に成形して使用する試みはほとんどなされていなかった。最近に至つて酵母菌体にアミロースと可食性可塑剤を配合した組成物がシート、フィルム等に成形できることが報告されている（特開昭51-73143）。しかしながら、この組成物は酵母100重量部に対してアミロース100~1000重量部が配合され、実質的にはアミロースからなっているものである。しかも、アミロースの配合割合が100重量部以下では成形品が脆弱となり実用に耐えないものである。

そこで、本発明者らは微生物菌体を主成分とし、保水性、引張り強度等のすぐれた可食性のフィルムを製造すべく鋭意研究を重ねた。その結果、微生物菌体に一定の条件でアルカリ処理、等電点沈降処理を施して得られるゲル形成性の微生物菌体

未処理の微生物菌体を用いても所望する引張り強度等のすぐれたフィルムを製造することはできない。

ゲル形成性微生物菌体を得るにあたり、原料として利用できる微生物としては細菌、酵母、カビなどがあり、任意に用いることができる。たとえば、サツカロミセス（*Saccharomyces*）属、キャンディダ（*Candida*）属、ハンゼスラ（*Hansenula*）属、ピヒア（*Pichia*）属、トルロプシス（*Torulopsis*）属、ロドトルラ（*Rhodotorula*）属などに属する酵母、バチルス（*Bacillus*）属、ミクロコッカス（*Micrococcus*）属、シユウドモナス（*Pseudomonas*）属などに属する細菌、ムコール（*Mucor*）属、リゾプス（*Rhizopus*）属、アスペルギルス（*Aspergillus*）属などに属するカビ等がある。これら微生物菌体は通常の糖質原料などの炭水化物を炭素源として培養したものばかりでなく、炭化水素やその部分炭化物などを炭素源として培養したものでも使用できる。また、微生物菌体は生菌体あるいは乾燥菌体であつてもよく、かつこれらを破

特開7153--45385(2)

をフィルムの素材として利用することにより目的を達成しうることを見出し、本発明を完成するに至つた。

すなわち本発明は、微生物菌体を50~100℃の加熱下に0.8~10重量パーセントの水酸化ナトリウム水溶液もしくは1.15~1.4重量パーセントの水酸化カリウム水溶液でアルカリ処理し、該アルカリ処理により得られた懸濁液に酸を加えて等電点沈降を行ない、次いで生成した沈降物を分離し、さらに該沈降物のpHを4.0~8.0に調節して得られるゲル形成性微生物菌体に可塑剤を配合してなる組成物（以下、「組成物I」という。）あるいは前記ゲル形成性微生物菌体に可塑剤およびアミロースを配合してなる組成物（以下、「組成物II」という。）を製膜することの特徴とする微生物菌体よりなるフィルムの製造方法を提供するものである。

まず、本発明の方法に用いる微生物菌体としては前述の如く所定の処理を施して得られるゲル形成性の微生物菌体である。ゲル形成能を有しない

破砕処理をしたものであつてもよい。これら微生物菌体は通常、2~20重量百分度の懸濁液として用いる。

破砕処理をした微生物菌体を用いる場合、微生物菌体の破砕処理はホモジナイザー、プレス、超音波やガラスビーズなどを用いて行なう物理的方法や細胞壁溶解酵素による処理などの生化学的方法あるいはこれらを組合せた方法によつて行なうことができる。破砕処理の条件は処理手段、微生物の種類等の要因を考慮して適当に選定する。

次に、アルカリ処理は加熱下で行ない、加熱温度は50~100℃とすることが好ましい。処理時間は微生物菌体の種類、濃度、アルカリ濃度等の条件により異なるが、通常は10~500分間行なえばよい。また、上記加熱下で行なうアルカリ処理は水酸化ナトリウムまたは水酸化カリウムの水溶液を用いることが必要であり、他のアルカリでは目的とする効果が十分に得られない。水酸化ナトリウム水溶液の場合は0.8~10重量パーセントの濃度のものを使用し、水酸化カリウム水

特開53-45385(3)

溶液の場合には1.5～1.4重量パーセントの濃度のものを使用する。

上記アルカリ処理後、該処理によつて得られた懸濁液に酸を加えてpH 4.5程度とし、等電点沈澱を行なう。ここで、用いる酸の種類は特に制限はなく、無機酸、有機酸のいずれでもよい。たとえば無機酸としてはリン酸、塩酸、硫酸などが挙げられ、また有機酸としてはクエン酸、乳酸、酢酸、リンゴ酸などを挙げる事ができる。

次いで、上記操作によつて生成した沈澱物を遠心分離等の手段によつて分離する。分離後、沈澱物を必要に応じて水洗し、しかる後に該沈澱物のpHを6.0～8.0の範囲、好ましくは6.5～7.5の範囲に調節する。ここで、沈澱物のpHを上記範囲外とすると、得られる微生物菌体は凝固剤を添加しても十分な硬さのゲル化物とはならない。

pHの調節後、必要に応じて乾燥すればゲル形成性を有する微生物菌体が得られる。

本発明の方法においては上記の操作により得られたゲル形成性微生物菌体を用い、該微生物菌体

が乾物の場合には水を加えて濃度5～20重量パーセントの懸濁液とする。

次いで、この懸濁液に可塑剤を配合して組成物Iを製造する。あるいはこの懸濁液に可塑剤とともにアミロースをも配合して組成物Iとすれば、これより得られるフィルムは物性をさらに向上せしめることができる。なお、組成物Iにおいて可塑剤の配合割合は特に制限はないが、ゲル形成性微生物菌体100重量部に対して可塑剤10～50重量部の割合で配合することが好ましい。また、組成物Iにおいても可塑剤およびアミロースの配合割合は特に制限はないが、ゲル形成性微生物菌体100重量部に対して可塑剤10～50重量部、アミロース1～100重量部の範囲で配合することが好ましい。ここで、可塑剤としてはグリセリン、エチレングリコール、プロピレングリコール、ソルビトール、フラクトース、リジン、グルタミン、アスパラギンなど微生物菌体と相溶性が良好で、しかも可食性のものが好ましい。

さらに、本発明の方法においては上記の如くし

て得られた組成物IあるいはIIを必要に応じて十分に脱気し、これを製膜工程にて製膜する。ここで行なう製膜は従来から行なわれている各種の方法を用いることができ、例えば溶液流延法、浸漬キャスト法、溶液押出法あるいはカレンダー法などが好ましい。

上述の製膜工程を経て得られたフィルムを目的に応じて50～120℃にて乾燥すれば、すぐれた保水性、柔軟性、引張り強度ならびに酸素等のガス遮断性能を有する可食性のフィルムを得ることができる。

従つて、本発明の方法によつて製造されるフィルムは食品包装用、マイクロカプセルなどとして有効に利用しうるとともに、食品(ユバ代替、珍味など)等としても利用することができる。

次に、本発明の方法を実施例によりさらに詳しく説明する。

実施例1

エチルアルコール発酵性酵母(キャンディダ・ユナイリス)の生菌体懸濁液(濃度10重量パーセント)1gを高圧ホモジナイザー(圧力1000

kg/cm²)で破砕処理した懸濁液に水酸化ナトリウム40gを加え水酸化ナトリウム濃度4.4%とし、60℃で1時間加熱処理したのち、放冷後4規定塩酸を加えて等電点沈澱を行なつた。生じた沈澱物を遠心分離(11000 r.p.m., 10分間)により分取し、水洗後6規定水酸化ナトリウムで中和した。次いで、凍結乾燥して48gの菌体を得た。

この菌体2gに2.5mlの水を加えて懸濁液をつくり、これに可塑剤としてグリセリン0.5gを加え、よく混和し、脱気した後、テフロン板に流し30分放置後、80℃で50分間乾燥させた。乾燥後、テフロン板からはがし相対湿度45%の雰囲気中に20時間放置して柔軟なフィルムを得た。

なお、得られたフィルムは厚さ0.1μであり、また性能試験の結果、引張強度15kg/cm²、伸び率29%であつた。

比較例1

エチルアルコール発酵性酵母(キャンディダ・ユナイリス)の生菌体懸濁液(濃度10重量パーセント)1gを実施例1に準じて破砕処理し、水

特開53-45385(4)

酸化ナトリウムを加えることなく60℃で1時間処理したこと以外は実施例1に準ずる処理を行ない、濃度18%の固形懸濁液を得た。この懸濁液12mlに可塑剤としてグリセリン0.5gを加え、よく混和し、脱気した後、テフロン板に流し30分放置後、80℃で50分間乾燥させた。しかし、フィルム形成はみられなかった。

実施例2

実施例1で得られた固形2gに、アミロース1gと40mlの水を加えて懸濁液をつくり、これに可塑剤としてグリセリン0.5gを加え、よく混和し脱気した後、テフロン板に流し30分放置後、80℃で50分間乾燥させ柔軟なフィルムを得た。

比較例2

比較例1で得られた懸濁液11mlに、アミロース1gと水30mlを加えて懸濁液をつくり、これに可塑剤としてグリセリン0.5gを加え、よく混和し脱気した後、テフロン板に流し30分放置後、80℃で50分間乾燥させフィルムを得たが実施例2に比較してもろかった。